

---

---

**Qualité du sol — Détermination de l'acidité  
échangeable dans un extrait au chlorure de  
baryum**

*Soil quality — Determination of exchangeable acidity in barium chloride  
extracts*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 14254:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/826d6e64-237b-4014-a259-4732b0d84cc8/iso-14254-2001>



**PDF — Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 14254:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/826d6e64-237b-4014-a259-4732b0d84cc8/iso-14254-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/826d6e64-237b-4014-a259-4732b0d84cc8/iso-14254-2001>

© ISO 2001

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 14254 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 14254:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/826d6e64-237b-4014-a259-4732b0d84cc8/iso-14254-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/826d6e64-237b-4014-a259-4732b0d84cc8/iso-14254-2001>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 14254:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/826d6e64-237b-4014-a259-4732b0d84cc8/iso-14254-2001>

# Qualité du sol — Détermination de l'acidité échangeable dans un extrait au chlorure de baryum

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'acidité échangeable dans des extraits par chlorure de baryum d'échantillons de sol prélevés conformément à l'ISO 11260.

La procédure décrite dans la présente Norme internationale concerne principalement la détermination de l'acidité échangeable totale par titrage à une valeur limite de pH fixe (voir note). Deux autres procédures facultatives sont également décrites, portant respectivement sur le titrage de l'acidité par détermination de l'acidité  $H^+$  libre et de la concentration d'aluminium dans les extraits.

La présente Norme internationale est applicable à tous les types d'échantillon séchés à l'air qui ont été prétraités conformément à l'ISO 11464.

NOTE Le titrage de l'acidité échangeable au moyen d'une valeur limite de pH fixe peut ne pas être propre à un type d'acide donné. La valeur limite de pH retenue est 7,8, ce qui correspond à la précipitation complète des ions  $Al^{+3}$  dans des solutions synthétiques. Le titrage d'extraits de sol à ce pH peut également inclure certaines espèces plus faiblement ionisées ou des composés organiques faiblement acides.

(standards.iteh.ai)

## 2 Références normatives

ISO 14254:2001

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 11260, *Qualité du sol — Détermination de la capacité d'échange cationique effective et du taux de saturation en bases échangeables à l'aide d'une solution de chlorure de baryum*

ISO 11464, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

## 3 Principe

L'échantillon de sol est extrait conformément à l'ISO 11260. L'extrait à  $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$  est titré avec une solution de NaOH à  $0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$  jusqu'à la valeur  $\text{pH} = 7,8$ . L'emploi de phénolphtaléine comme indicateur est autorisé mais doit être spécifié dans le rapport d'essai.

Une autre méthode de détermination de l'acidité  $H^+$  libre est proposée, dans laquelle on ajoute du fluorure de sodium à l'extrait de sol avant de procéder au titrage (le  $\text{BaF}_2$  se précipite, mais un excédent de NaF n'est pas nécessaire). Les ions d'aluminium sont complexés et seule l'acidité  $H^+$  est détectée au cours de la procédure de titrage.

Deux autres méthodes facultatives pour la détermination de l'aluminium sont proposées, qui utilisent respectivement la spectrométrie d'absorption atomique de flamme et la spectrométrie par émission de plasma à couplage inductif.

## 4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs analytiquement purs et de l'eau distillée ou déminéralisée pour toutes les solutions, lesquelles doivent être stockées dans des flacons en plastique appropriés.

**4.1 Eau**, ayant une conductibilité électrique d'au plus  $0,2 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$  à  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  (eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696).

**4.2 Décahydrate de tétraborate disodique (borax)**,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  (masse moléculaire = 381,5) d'une pureté  $> 99,5 \%$ , qu'il convient de stocker dans un flacon fermé adapté.

**4.3 Solutions tampons**, pour l'étalonnage du pH-mètre.

**4.3.1 Solution tampon pH = 4,00 ( $20 \text{ }^\circ\text{C}$ )**: dissoudre  $10,21 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  d'hydrogènoptalate de potassium,  $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ , dans de l'eau (4.1) et diluer à 1 000 ml.

**4.3.2 Solution tampon pH = 7,00 ( $20 \text{ }^\circ\text{C}$ )**: dissoudre  $3,800 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$  de dihydrogènophosphate de potassium,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , et  $3,415 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$  d'hydrogènophosphate de disodium,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , dans de l'eau (4.1) et diluer à 1 000 ml.

**4.3.3 Solution tampon pH = 9,22 ( $20 \text{ }^\circ\text{C}$ )**: dissoudre  $3,800 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$  de décahydrate de tétraborate disodique,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , dans de l'eau (4.1) et diluer à 1 000 ml.

On peut aussi utiliser des solutions tampons du commerce en se conformant aux instructions du fabricant.

**4.4 Indicateurs** (facultatifs)

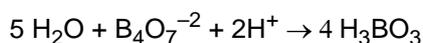
**4.4.1 Méthylorange** (changement de couleur entre pH = 3,0 et pH = 4,4):  $0,100 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$  dans 100 ml d'eau.

**4.4.2 Rouge de méthyle** (changement de couleur entre pH = 4,2 et pH = 6,2):  $0,200 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$  dans 100 ml d'éthanol.

**4.4.3 Phénolphtaléine** (changement de couleur entre pH = 8,2 et pH = 10,0):  $1,00 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  dans 100 ml d'éthanol.

**4.5 Acide chlorhydrique**,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

Diluer 83 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $d = 1,19 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1} \sim 12 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) avec de l'eau à 1 000 ml. Cette solution est ensuite normalisée en utilisant du borax (4.2) après la réaction:



Une masse de borax de 1,928 g dissoute dans environ 100 ml d'eau (4.1) (chauffer légèrement pour accélérer la dissolution) nécessitera une solution de 10 ml d'acide chlorhydrique contenant exactement  $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$  pour être neutralisée.

On envisagera l'utilisation d'une valeur limite de pH = 5 ou de rouge de méthyle comme indicateur. On doit contrôler la concentration de cette solution au moins une fois par mois.

On peut aussi utiliser une solution standard du commerce en se conformant aux instructions du fabricant.

**4.6 Solution d'hydroxyde de sodium**,  $c(\text{NaOH}) = (1,000 \pm 0,025) \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

Dissoudre  $40,0 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$  d'hydroxyde de sodium sans carbonate dans de l'eau (4.1) et diluer à 1 000 ml. Cette solution est ensuite normalisée par titrage avec la solution d'acide chlorhydrique (4.5) (valeur limite: pH = 3,5 ou

méthylorange comme indicateur). Sa concentration doit être contrôlée au moins une fois par semaine et elle doit être comprise dans la plage  $0,975 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$  à  $1,025 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ .

Il est possible qu'à terme cette solution absorbe du gaz carbonique de l'atmosphère. La présence de carbonate peut être détectée en effectuant un autre titrage comme décrit ci-dessus, mais en abaissant le pH de 3,5 à 8,5 (ou en utilisant de la phénolphthaléine comme indicateur à la place de méthylorange). Lorsqu'on observe une différence de volumes entre les deux valeurs limites, il faut préparer une nouvelle solution (4.6).

On peut aussi utiliser une solution standard du commerce en se conformant aux instructions du fabricant.

#### 4.7 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 50 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1} \pm 1,25 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

Pipetter 50 ml de la solution (4.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter avec de l'eau (4.1). Stocker dans un flacon muni en son extrémité supérieure d'un récipient rempli de chaux de sodium, renouvelée régulièrement, comme piège à  $\text{CO}_2$ . Cette solution doit être préparée tous les jours.

#### 4.8 Solution de fluorure de sodium, $c(\text{NaF}) = 1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

Dissoudre  $42,0 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$  de fluorure de sodium dans de l'eau (4.1) et diluer à environ 900 ml. Ajuster le pH à 7,0 avec l'acide chlorhydrique (4.5) et le volume à 1 000 ml avec de l'eau (4.1).

#### 4.9 Dihydrate de chlorure de baryum, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

#### 4.10 Solution d'aluminium contrôlée, $1,000 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$

Dissoudre  $1,000 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$  de métal aluminium (pureté  $> 99,9\%$ ) dans 20 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $d = 1,19 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau (4.1).

On peut aussi utiliser une solution standard du commerce en se conformant aux instructions du fabricant.

#### 4.11 Solution d'aluminium de travail, $0,100 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$

Transférer 10 ml de la solution d'aluminium contrôlée (4.10) dans une fiole jaugée de 100 ml et ajuster sur la marque avec de l'eau (4.1).

#### 4.12 Solution de chlorure de baryum, $c(\text{BaCl}_2) = 0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

Dissoudre  $12,21 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  de chlorure de baryum (4.9) dans environ 60 ml d'eau (4.1). Transférer la solution dans une fiole jaugée de 100 ml et ajuster sur la marque avec de l'eau (4.1).

#### 4.13 Solutions d'étalonnage

Transférer respectivement des aliquotes de 5 ml, de 10 ml et de 20 ml de la solution de travail (4.11) dans des fioles jaugées de 100 ml, diluer avec environ 20 ml d'eau (4.1) et ajouter 20 ml de la solution de chlorure de baryum (4.12). Ajuster ensuite le volume avec de l'eau (4.1). Préparer une quatrième solution de la même manière, mais sans aluminium, de façon à constituer la solution d'étalonnage à blanc.

## 5 Appareillage

**5.1 Verrerie de laboratoire ordinaire**, comprenant une éprouvette graduée à intervalles d'au plus 0,05 ml.

**5.2 pH-mètre**

Réglé selon les instructions du fabricant et étalonné avec les solutions tampons (4.3).

**5.3 Agitateur magnétique**

#### 5.4 Titrimètre automatique (facultatif)

Régler le titrimètre selon les instructions du fabricant et l'étalonner avec les solutions tampons (4.3). Les résultats doivent être exprimés relativement à une valeur limite de  $\text{pH} = 7,8$ .

#### 5.5 Spectromètre d'absorption atomique de flamme

Équiper le spectromètre d'un bec à oxyde nitreux/acétylène et le régler selon les instructions du fabricant. La détermination de l'aluminium s'effectue généralement à une longueur d'onde de 396,2 nm.

#### 5.6 Spectromètre à émission de plasma à couplage inductif

Régler le spectromètre selon les instructions du fabricant. La détermination de l'aluminium s'effectue généralement avec correction du voile de fond à des longueurs d'onde de 309,28 nm ou de 396,15 nm.

### 6 Échantillon

6.1 **Extrait de sol par chlorure de baryum**, prélevé conformément à l'ISO 11260.

6.2 **Extrait à blanc**, prélevé de la même manière.

### 7 Mode opératoire

#### 7.1 Acidité échangeable totale

Pipetter 50 ml de l'extrait (6.1) dans un récipient de capacité suffisante pour recevoir également les électrodes du pH-mètre (5.2). Introduire une barre aimantée et régler la vitesse de l'agitateur magnétique (5.3). Insérer les électrodes et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.7) jusqu'à ce qu'une valeur  $\text{pH} = 7,8$  soit atteinte et reste stable pendant 30 s.

En cas d'utilisation de phénolphtaléine, titrer jusqu'à ce que la couleur vire au rose de manière permanente (dans la pratique, attendre 30 s environ). Titrer 50 ml de la solution à blanc (6.2) de la même manière pour obtenir une valeur à blanc.

#### 7.2 Acidité $\text{H}^+$ libre (facultatif)

Pipetter 50 ml de l'extrait (6.1). Ajouter 2,5 ml de la solution de fluorure de sodium (4.8). Titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.7) à une valeur  $\text{pH} = 7,8$ .

En cas d'utilisation de phénol phtaléine, titrer jusqu'à ce que la couleur vire au rose de manière permanente (dans la pratique, attendre 30 s environ). Titrer une solution à blanc (6.2) de la même manière.

NOTE Le volume total extrait conformément à l'ISO 11260 est 100 ml. S'il est nécessaire de déterminer les cations échangeables, l'acidité totale et l'acidité  $\text{H}^+$  libre, il convient d'adapter en conséquence les volumes pipetés en 7.1 et 7.2.

#### 7.3 Détermination spectrométrique de l'aluminium (facultatif)

Pour les deux méthodes spectrométriques proposées, les courbes d'étalonnage sont pratiquement linéaires pour les solutions standard (4.13). Des échantillons (6.1) présentant des concentrations en aluminium excédant la plage d'étalonnage doivent être dilués avec la solution d'extraction préparée conformément à l'ISO 11260.

La contamination par l'aluminium étant rare et pouvant facilement être évitée, il convient de considérer tout écart entre les signaux donnés par la solution d'étalonnage à blanc et par la solution d'extraction à blanc comme inacceptable.

NOTE 1 Le baryum sert à prévenir l'ionisation de l'aluminium, ainsi l'ajout de potassium ou de césium, qui est généralement recommandé pour la détermination de l'aluminium dans une flamme d'oxyde nitreux/acétylène, n'est pas nécessaire.

NOTE 2 Lorsqu'on utilise la méthode à émission de plasma à couplage inductif, et si la sensibilité reste suffisante, les solutions standard (4.13) et les échantillons (6.1 et 6.2) peuvent être dilués de la même manière avec de l'eau (4.1) avant de procéder aux mesures.

## 8 Calculs

Calculer l'acidité échangeable totale sur la base de l'échantillon de sol séché à l'étuve selon l'équation (1):

$$E_A = \frac{(V_a - V_b) \cdot c_{\text{NaOH}} \cdot 100 \cdot V}{V_s \cdot m} \cdot \frac{100 + w}{100} \quad (1)$$

où

$E_A$  est l'acidité échangeable totale du sol, en  $\text{cmol} \cdot \text{kg}^{-1}$ , sur la base de l'échantillon de sol séché à l'étuve;

$V_a$  est le volume d'hydroxyde de sodium utilisée pour la partie essai, en millilitres;

$V_b$  est le volume d'hydroxyde de sodium utilisée pour la solution à blanc, en millilitres;

$c_{\text{NaOH}}$  est la concentration de la solution d'hydroxyde de sodium, en  $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ;

$V_s$  est le volume de l'échantillon pour essai pipeté, en millilitres;

$m$  est la masse de l'échantillon pour essai pesé conformément à l'ISO 11260, en grammes;

$V$  est le volume final de l'extrait conformément à l'ISO 11260, en millilitres;

$w$  est la teneur en eau en pourcentage (fraction massique) sur la base de l'échantillon de sol séché à l'étuve, déterminée conformément à l'ISO 11465.

Pour l'acidité  $\text{H}^+$  libre, utiliser également l'équation (1), où  $a$  et  $b$  correspondent aux volumes ajoutés en 7.2.

Calculer la concentration d'aluminium échangeable sur la base de l'échantillon de sol séché à l'étuve selon l'équation (2):

$$E_{\text{Al}} = \frac{\rho_{\text{Al}} \cdot V}{90 \cdot m} \cdot \frac{100 + w}{100} \quad (2)$$

où

$E_{\text{Al}}$  est la concentration d'aluminium échangeable, en  $\text{cmol} \cdot \text{kg}^{-1}$ ;

$\rho_{\text{Al}}$  est la concentration d'aluminium trouvé dans l'extrait, en  $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$ ;

$m$  est la masse de l'échantillon pour essai pesé conformément à l'ISO 11260, en grammes;

$V$  est le volume final de l'extrait conformément à l'ISO 11260, en millilitres;

$w$  est la teneur en eau en pour-cent (fraction massique) sur la base de l'échantillon de sol séché à l'étuve, déterminée conformément à l'ISO 11465.